(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-144028

(P2000-144028A)

平成12年5月26日(2000.5.26) (43)公開日

(51) Int.Cl.⁷

識別配号

FI

テーマコート*(参考)

C 0 9 D 11/00

B 4 1 J 2/01 C 0 9 D 11/00

2C056

3/04 B41J

101Y

4 J 0 3 9

審査請求 未請求 請求項の数10 FD (全 13 頁)

(21)出願番号

(22)出願日

特願平10-332097

(71)出願人 000005496

富士ゼロックス株式会社

東京都港区赤坂二丁目17番22号

平成10年11月6日(1998.11.6)

(72)発明者 土井 孝次

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ

ックス株式会社内

(72)発明者 井上 洋

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ

ックス株式会社内

(74)代理人 100093470

弁理士 小田 富士雄 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 インクジェット記録液およびインクジェット記録方法

(57)【要約】

【課題】 普通紙に印字した場合に、光学濃度が高く、 画像定着性に優れ、さらに、フェザリング、長期保存安 定性にも優れた顔料含有インクジェット記録液およびそ れを用いた記録方法を提供する。

【解決手段】 顔料、水溶性有機溶媒および水を必須成 分とし、さらに水溶性樹脂および/または界面活性剤を 含有するインクジェット記録液において、1)普通紙上 における動的接触角の時間変化率を0.5~3.5度/秒 とし、2) インク中における分散粒子の数平均粒子径を 15~100nmとし、3)インク中における分散粒子 の体積平均粒子径を30~200 nmとする。前記イン クジェット記録液を用いてインクジェット記録方式によ り記録を行なう。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 顔料、水溶性有機溶媒および水を必須成分とし、さらに水溶性樹脂および/または界面活性剤を含有するインクジェット記録液であって、

1

- 1) 普通紙上における動的接触角の時間変化率が、0. 5~3.5度/秒であり、
- 2) インクジェット記録液における分散粒子の数平均粒子径が、15~100 n m であり、
- 3) インクジェット記録液における分散粒子の体積平均 粒子径が、30~200nmであることを特徴とするインクジェット記録液。

【請求項2】 水溶性樹脂が高分子分散剤であり、顔料が前記水溶性樹脂により分散されていることを特徴とする請求項1記載のインクジェット記録液。

【請求項3】 顔料が水に自己分散可能な顔料であり、水溶性樹脂および/または界面活性剤が、アニオン性またはノニオン性であることを特徴とする前記インクジェット記録液。

【請求項4】 水溶性樹脂が、親水性部と疎水性部の共 重合体からなることを特徴とする請求項1記載のインク ジェット記録液。

【請求項5】 水溶性樹脂の親水性部を構成する単量体が、アクリル酸、メタクリル酸および(無水)マレイン酸からなる群から選ばれる1種以上であることを特徴とする請求項4記載のインクジェット記録液。

【請求項6】 水溶性樹脂の疎水性部を構成する単量体が、スチレン、(メタ)アクリル酸のアルキル、アリールおよびアルキルアリールエステルからなる群から選ばれる1種以上であることを特徴とする請求項4記載のインクジェット記録液。

【請求項7】 水溶性樹脂のHLBが8.5~30.0であり、そのインクジェット記録液中の含有量が0.1重量%以上であることを特徴とする請求項1記載のインクジェット記録液。

【請求項8】 インクジェット記録液の粘度が、1.5 ~6.0 m P a · s であることを特徴とする請求項1記載のインクジェット記録液。

【請求項9】 請求項1記載のインクジェット記録液をインクジェット記録方式により記録することを特徴とするインクジェット記録方法。

【請求項10】 インクジェット記録方式が、熱インクジェット記録方式であることを特徴とする請求項9記載のインクジェット記録方法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、インクジェット記 録液およびインクジェット記録方法に関する。

[0002]

【従来の技術】ノズル、スリットあるいは多孔質フィルム等から、液体または溶融固体インクを吐出し、紙、

2

布、フィルム等に記録を行う、いわゆるインクジェット 方式のプリンターは、小型で、安価、静寂性等種々の利 点があり、黒色の単色またはフルカラーのプリンターと して多く市販されている。中でも、圧電素子を用いたい わゆるピエゾインクジェット方式や、熱エネルギーを作 用させて液滴を形成し記録を行う、いわゆる熱インクジェット方式は、高速印字、高解像度が得られるなど多く の利点を有している。

【0003】従来よりインクジェット記録方式に一般的に用いられている水溶性染料を用いたインクは、長期保存安定性には優れるものの、耐水性、耐光性に問題があった。それに対し、顔料を用いたインクは、耐水性、耐光性に優れ、しかも、高濃度で滲みのない画質を得ることができることから、非常に有望であり、近年、多くの提案がなされ、実用化されている。例えば、特開昭56~147871号公報においては、顔料、高分子分散剤および非イオン性界面活性剤を含有する水性媒体からなる記録液が提案されている。また、米国特許第5085698号明細書、同第5221334号明細書においては、ABあるいはBABブロックコポリマーを、顔料の分散剤として用いることが提案されている。さらに、同第5172133号明細書においては、特定の顔料、水溶性樹脂、溶媒を用いることが提案されている。

【0004】一方、分散剤を用いない顔料分散方法として、カーボンブラックに水可溶化基を含む置換基を導入する方法が米国特許第5571311号明細書に、水溶性モノマー等をカーボンブラック表面に重合させる方法が特開平8-81646号公報に、カーボンブラックを酸化処理する方法が特開平8-3498号公報に開示されている。また、酸化処理を施したカーボンブラックおよびアクリル酸、スチレン、αメチルスチレンからなる3元重合体を含むインクによって耐水性と吐出安定性を確保する方法が、特開平9-194775号公報に開示されている。

[0005]

【発明が解決しようとする課題】しかし、顔料インクは、一般的に画像定着性に問題があることが知られている。界面活性剤をインク中に添加することにより画像定着性を高める方法が特開昭55-65269号公報等に開示されているが、この方法を顔料インクに適用した場合、画像定着性は良好となるものの、十分な画像濃度が得られず、フェザリングが悪化する場合も存在する。このように、顔料インクにおいて、高い光学濃度を有し、しかも、画像定着性に優れ、フェザリング、長期保存安定性に満足できるものは得られていなかった。

【0006】したがって、本発明は、普通紙に印字した場合に、光学濃度が高く、画像定着性が良好で、フェザリングおよび長期保存安定性にも優れた、顔料含有インクジェット記録液およびそのインクジェット記録液を用いた記録方法を提供することを目的とする。

[0007]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決するために、鋭意検討を重ねた結果、高い光学濃度および良好な画像定着性を有し、フェザリング、長期保存安定性にも優れるたインクジェット記録液を得るためには、下記要件を満たすことが不可欠であることを見出し、本発明を完成させた。すなわち、本発明は、顔料、水溶性有機溶媒および水を必須成分とし、さらに水溶性樹脂および/または界面活性剤を含有するインクジェット記録液であって、

- 1) 普通紙上における動的接触角の時間変化率が、0. 5~3.5度/秒であり、
- 2) インクジェット記録液における分散粒子の数平均粒子径が、15~100 n m であり、

3) インクジェット記録液における分散粒子の体積平均 粒子径が、30~200nmであることを特徴とするイ ンクジェット記録液、水溶性樹脂が高分子分散剤であ り、顔料が前記水溶性樹脂により分散されていることを 特徴とする前記インクジェット記録液、顔料が水に自己 分散可能な顔料であり、水溶性樹脂および/または界面 活性剤が、アニオン性またはノニオン性であることを特 徴とする前記インクジェット記録液、水溶性樹脂が、親 水性部と疎水性部の共重合体からなることを特徴とする 前記インクジェット記録液、水溶性樹脂の親水性部を構 成する単量体が、アクリル酸、メタクリル酸および(無 水)マレイン酸からなる群から選ばれる1種以上である ことを特徴とする前記インクジェット記録液、水溶性樹 脂の疎水性部を構成する単量体が、スチレン、(メタ)ア クリル酸のアルキル、アリールおよびアルキルアリール エステルからなる群から選ばれる1種以上であることを 特徴とする前記インクジェット記録液、水溶性樹脂のH LBが8.5~16.0であり、そのインクジェット記録 液中の含有量が 0.1 重量%以上であることを特徴とす る前記インクジェット記録液、インクジェット記録液の 粘度が、1.5~6.0 m P a · s であることを特徴とす る前記インクジェット記録液、前記インクジェット記録 液をインクジェット記録方式により記録することを特徴 とするインクジェット記録方法、またはインクジェット 記録方式が、熱インクジェット記録方式であることを特 徴とする前記インクジェット記録方法である。

[0008]

【発明の実施の形態】以下、本発明について詳しく説明する。本発明のインクジェット記録液は、顔料、水溶性有機溶媒および水を必須成分とし、さらに、水溶性樹脂および/または界面活性剤を含有する。本発明のインクジェット記録液において使用される顔料は、有機顔料および無機顔料のいずれでもよい。 黒色の顔料としては、ファーネスブラック、ランプブラック、アセチレンブラック、チャンネルブラック等のカーボンブラック顔料等が挙げられる。また、黒色、シアン、マゼンタ、イエロ

4

一の3原色顔料の他、赤、緑、青、茶、白等の特定色顔料や、金、銀色等の金属光沢顔料、無色または淡色の体質顔料、プラスチックピグメント等を使用してもよい。また、本発明のために、新規に合成した顔料を用いることもできる。

【0009】黒色の顔料の具体例としては、Raven 7000, Raven 5750, Raven 5250, Raven 5000 ULTRAII, Raven 350 O, Raven 2000, Raven 1500, Rav en 1 2 5 0, Raven 1 2 0 0, Raven 1 1 9 0 ULTRAII, Raven1170, Raven1 255、Raven1080、Raven1060 (以 上、コロンビアン・カーボン社製)、Regal400 R, Regal 330 R, Regal 660 R, Mog ul L, Black Pearls L, Monarc h 700, Monarch 800, Monarch 880, Monarch 900, Monarch 10 00, Monarch 1100, Monarch 13 00、Monarch 1400 (以上、キャボット社 製)、Color Black FW1、Color B lack FW2, Color Black FW2V, Color Black 18, Color Black FW200, Color Black S150, Col or Black S160, Color Black S 170, Printex35, PrintexU, Pr intexV、Printex140U、Printe x140V, Special Black6, Spec ial Black 5, Special Black 4 A、Special Black 4 (以上デグッサ社 製)、No.25、No.33、No.40、No.47、 No.52, No.900, No.2300, MCF-88、MA600、MA7、MA8、MA100 (以上三 菱化学社製) 等を挙げることができるが、これらに限定 されない。

【0010】なお、カーボンブラックの好適な構造を一律に議論することは困難であるが、粒子径が15~30 nm、BET比表面積が70~300 m^2/g 、DBP 吸油量が0.5~1.0×10 $^{-3}$ 1/g、揮発分が0.5~10重量%、灰分が0.01~1.0重量%であることが好ましい。上記範囲から外れたカーボンブラックを使用すると、記録液における分散粒子の粒子径が大きくなる場合が存在する。

【0011】シアン色の顔料としては、C. I. Pigment Blue ent Blue-1、C. I. Pigment Blue-2、C. I. Pigment Blue-3、C. I. Pigment Blue-15、C. I. Pigment Blue-15:1、C. I. Pigment Blue-15:3、C. I. Pigment Blue-15:34、C. I. Pigment Blue-15:34、C. I. Pigment Blue-16、C. I. Pigment Blue-22、C. I. Pigmen

t Blue-60等が挙げられるが、これらに限定されない。

【0012】マゼンタ色の顔料としては、C.I.Pig ment Red-5, C. I. Pigment Red-7, C. I. Pigment Red-12, C. I. Pi gment Red-48, C. I. Pigment Re d-48:1, C. I. Pigment Red-57, C. I. Pigment Red-112, C. I. Pig ment Red-122, C. I. Pigment Re d-123, C. I. Pigment Red-146, C. I. Pigment Red-168, C. I. Pig ment Red-184, C. I. Pigment Re d-202等が挙げられるが、これらに限定されない。 【0013】黄色の顔料としては、C.I.Pigmen t Yellow-1, C. I. Pigment Yell ow-2, C. I. Pigment Yellow-3, C. I. Pigment Yellow-12, C. I. P igment Yellow-13, C. I. Pigme nt Yellow-14, C. I. Pigment Ye llow-16, C. I. Pigment Yellow -17, C. I. Pigment Yellow-73, C. I. Pigment Yellow-74, C. I. P igment Yellow-75, C. I. Pigme nt Yellow-83, C.I.Pigment Y ellow-93, C. I. Pigment Yellow -95, C. I. Pigment Yellow-97, C. I. Pigment Yellow-98, C. I. P igment Yellow-114, C. I. Pigm ent Yellow-128, C.I.Pigment Yellow-129, C. I. Pigment Yel low-151, C. I. Pigment Yellow −154等が挙げられるが、これらに限定されない。

【0014】本発明のインクジェット記録液において は、顔料として、水に自己分散可能な顔料を使用するこ とができる。水に自己分散可能な顔料とは、顔料表面に 水に対する可溶化基を数多く有し、高分子分散剤の存在 がなくても、安定に分散する顔料のことである。具体的 には、通常のいわゆる顔料に対して、酸・塩基処理、カ ップリング剤処理、ポリマーグラフト処理、プラズマ処 理、酸化/還元処理等の表面改質処理等を施すことによ り、水に自己分散可能な顔料を得ることができる。本発 明における水に自己分散可能かどうかの基準は、水95 重量%/顔料5重量%の濃度で、超音波ホモジナイザ ー、ナノマイザー、マイクロフルイダイザー、ボールミ ル等を用いて、顔料を分散剤なしで分散させ、初期顔料 濃度を測定し、分散液をガラス瓶で1日放置した後、上 澄みの顔料濃度を測定した場合に、その濃度が初期濃度 の98%以上であることを要件とする。

【0015】水に自己分散可能な顔料としては、上記のように顔料に対して表面改質処理を施した顔料の他、キ

6

ヤボット社製のCab-o-jet-200、Cab-o-jet-300、IJX-55、オリエント化学社製のMicrojet Black CW-1や、日本触媒社から販売されている顔料等の市販の顔料を用いることができる。

【0016】水に自己分散可能な顔料の表面に存在する 可溶化基は、ノニオン性、カチオン性、アニオン性のい ずれであってもよいが、主にスルホン酸、カルボン酸、 水酸基、リン酸が望ましい。スルホン酸、カルボン酸、 リン酸の場合、そのまま遊離酸の状態でも用いることが 可能であるが、水溶性を高めるために、塩基性物質との 塩の状態で使用することが好ましい。これらの重合体と 塩を形成する塩基性物質としては、ナトリウム、カリウ ム、リチウム等のアルカリ金属類、モノメチルアミン、 ジメチルアミン、トリエチルアミン等の脂肪族アミン 類、モノメタノールアミン、モノエタノールアミン、ジ エタノールアミン、トリエタノールアミン、ジイソプロ パノールアミン等のアルコールアミン類、アンモニア等 を挙げることができる。これらの中でも、ナトリウム、 カリウム、リチウム等のアルカリ金属類の塩基性化合物 が好ましく使用される。これは、アルカリ金属類の塩基 性化合物が強電解質であり、酸性基の解離を促進する効 果が大きいためと考えられる。

【0017】本発明のインクジェット記録液に用いられる顔料は、インクジェット記録液の重量に対して、0.5~20重量%が好ましく、1~10重量%がより好ましい。顔料の量が、0.5重量%未満となると、十分な画像濃度が得られなくなり、20重量%を超えると画像の定着性が悪化する場合がある。

【0018】本発明のインクジェット記録液に用いられ る水溶性有機溶媒としては、これらに限定されないが、 エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレ ングリコール、ブチレングリコール、トリエチレングリ コール、1,5-ペンタンジオール、1,2,6-ヘキ サントリオール、グリセリン等の多価アルコール類、エ チレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコ ールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチ ルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテ ル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチ レングリコールモノブチルエーテル、プロピレングリコ ールモノブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノ ブチルエーテル、ジグリセリンのエチレンオキサイド付 加物等の多価アルコール誘導体、ピロリドン、Nーメチ ルー2ーピロリドン、シクロヘキシルピロリドン、トリ エタノールアミン等の含窒素溶媒、エタノール、イソプ ロピルアルコール、ブチルアルコール、ベンジルアルコ ール等のアルコール類、チオジエタノール、チオジグリ セロール、スルホラン、ジメチルスルホキシド等の含硫 黄溶媒、炭酸プロピレン、炭酸エチレン等を用いること ができる。

【0019】水溶性有機溶媒は、単独で使用しても、あるいは2種類以上を混合して使用してもよい。水溶性有機溶媒のインクジェット記録液中の含有量は、1~60重量%とすることが好ましく、5~40重量%とすることがより好ましい。含有量が1重量%未満となると、長期保存安定性が悪化する場合があり、60重量%を超えると、インクの吐出性が低下する場合がある。

【0020】本発明において使用することができる水としては、純水、超純水、蒸留水、イオン交換水等を用いることができる。

【0021】本発明のインクジェット記録液は、さらに、水溶性樹脂と界面活性剤のいずれか一方または両者を含有する。本発明のインクジェット記録液において使用することができる水溶性樹脂としては、親水性構造部と疎水性構造部を有する化合物等が有効であり、具体的には、縮合系重合体および付加重合体等が挙げられる。縮合系重合体としては、公知のポリエステル系重合体が挙げられ、付加重合体としては、 α , β -エチレン性不飽和基を有するモノマーの付加重合体が挙げられる。付加重合体としては、例えば、親水基を有する α , β -エチレン性不飽和基を有するモノマーを適宜組み合わせて共重合したもの等が使用される。また、親水基を有する α , β -エチレン性不飽和基を有するモノマーを適口組み合わせて共重合したもの等が使用される。また、親水基を有する α , β -エチレン性不飽和基を有するモノマーの単独重合体も用いることもできる。

【0022】親水基を有するα、βーエチレン性不飽和基を有するモノマーとしては、カルボキシル基、スルホン酸基、水酸基、りん酸基等を有するモノマー、例えば、アクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸、イタコン酸、イタコン酸モノエステル、マレイン酸、マレイン酸 マレイン酸 マレイン酸 スノエステル、フマル酸、フマル酸モノエステル、ビニルスルホン酸、スチレンスルホン酸、スルホン化ビニルナフタレン、ビニルアルコール、アクリルアミド、メタクリロキシエチルホスフェート、メタクリロオキシエチルフェニルアシドホスフェート、メタクリロオキシエチルフェニルアシドホスフェート、エチレングリコールジメタクリレート、ジエチレングリコールジメタクリレート、ジエチレングリコールジメタクリレート等を使用することができる。

【0023】一方、疎水基を有するα、βーエチレン性不飽和基を有するモノマーとしては、スチレン、α-メチルスチレン、ビニルトルエン等のスチレン誘導体、ビニルシクロヘキサン、ビニルナフタレン、ビニルナフタレン誘導体、アクリル酸アルキルエステル、アクリル酸フェニルエステル、メタクリル酸アルキルエステル、メタクリル酸フェニルエステル、メタクリル酸シクロアルキルエステル、クロトン酸アルキルエステル、イタコン酸ジアルキルエステル、マレイン酸ジアルキルエステルを使用することができる。

【0024】上記親水基および疎水基を有するモノマー を共重合することにより得られる共重合体は、ランダ 8

ム、ブロック、およびグラフト共重合体等いずれの構造のものでもよい。好ましい共重合体の例としては、スチレンースチレンスルホン酸共重合体、スチレンーマレイン酸共重合体、スチレンーメタクリル酸共重合体、スチレンーアクリル酸共重合体、ビニルナフタレンーメタクリル酸共重合体、ビニルナフタレンーアクリル酸共重合体、アクリル酸アルキルエステルーアクリル酸、スチレンーメタクリル酸アルキルエステルーメタクリル酸共重合体、スチレンーメタクリル酸アルキルエステルーメタクリル酸共重合体、スチレンーメタクリル酸フェニルエステルーメタクリル酸共重合体、スチレンーメタクリル酸シクロヘキシルエステルーメタクリル酸共重合体等が挙げられる。

【0025】これらの共重合体に、ポリオキシエチレン基、水酸基を有するモノマーを適宜共重合させてもよい。また、酸性官能基を表面に有する顔料との親和性を高め、分散安定性を良くするために、カチオン性の官能基を有するモノマー、例えばN, Nージメチルアミノエチルメタクリレート、N, Nージメチルアミノメタクリルアミド、N, Nージメチルアミノメタクリルアミド、N, Nージメチルアミノアクリルアミド、Nービニルピロール、Nービニルピリジン、Nービニルピロリドン、Nービニルイミダゾール等を適宜共重合させることもできる。

【0026】また、水溶性樹脂として、ポリスチレンスルホン酸、ポリアクリル酸、ポリメタクリル酸、ポリメキシエチレンーポリオキシプロピレンーポリオキシエチレンブロックコポリマー、ナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物、ポリビニルピロリドン、ポリエチレンイミン、ポリアミン類、ポリアミド類、ポリビニルイミダゾリン、アミン類、ポリアミド類、ポリビニルイミダゾリン、キトサン、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸アミド、ポリビニールアルコール、ポリアクリルアミド、カルボキシメチルセルロース、カルボキシエチルセルロース等のセルロース誘導体、多糖類とその誘導体等も有効に使用できる。

【0027】なお、特に限定するわけではないが、水溶性樹脂の親水基はカルボン酸またはカルボン酸の塩であることが好ましい。これは、親水基にカルボン酸を用いた場合には、紙上において顔料が適度に凝集するためであると考えられる。これらの水溶性樹脂のうち、親水基が酸性基である共重合体は、水溶性を高めるため、塩基性物質との塩の状態で使用することが好ましい。これらの重合体と塩を形成する塩基性物質としては、ナトリウム、カリウム、リチウム等のアルカリ金属類、モノメチルアミン、ジメチルアミン、トリエチルアミン等の脂肪族アミン類、モノメタノールアミン、モノエタノールア

ミン、ジェタノールアミン、トリエタノールアミン、ジ イソプロパノールアミン等のアルコールアミン類、アン モニア等を挙げることができる。これらの中でも、ナト リウム、カリウム、リチウム等のアルカリ金属類の塩基 性化合物は好ましく使用される。アルカリ金属類は強電 解質であり、親水基の解離を促進させる効果があると考 えられるからである。

【0028】水溶性樹脂は、共重合体の酸価に対して50%以上中和されていることがより好ましく、共重合体の酸価に対して80%以上中和されていることがより好ましい。水溶性樹脂は、重量平均分子量で2000~15000のものが好ましく、重量平均分子量3500~1000のものがより好ましい。また、疎水性部分と親水性部分の構造および組成比率は、顔料および溶媒との組み合わせの中から好ましいものを用いることができる。これらの水溶性樹脂は、単独で用いても、2種類以上を組み合わせて用いてもよい。水溶性樹脂の含有量は、顔料により大きく異なるため一概には言えないが、一般に顔料に対し、合計で0.1~100重量%が好ましく、1~70重量%がより好ましく、3~50重量%がさらに好ましい。

【0029】本発明のインクジェット記録液において使 用される界面活性剤としては、アニオン性界面活性剤、 カチオン性界面活性剤、両性界面活性剤、ノニオン性界 面活性剤等がいずれも使用可能である。アニオン性界面 活性剤としては、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アル キルフェニルスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホ ン酸塩、高級脂肪酸塩、高級脂肪酸エステルの硫酸エス テル塩、高級脂肪酸エステルのスルホン酸塩、高級アル コールエーテルの硫酸エステル塩およびスルホン酸塩、 高級アルキルスルホコハク酸塩、高級アルキルリン酸エ ステル塩、高級アルコールエチレンオキサイド付加物の リン酸エステル塩等が挙げられ、例えば、ドデシルベン ゼンスルホン酸塩、ケリルベンゼンスルホン酸塩、イソ プロピルナフタレンスルホン酸塩、モノブチルフェニル フェノールモノスルホン酸塩、モノブチルビフェニルス ルホン酸塩、モノブチルビフェニルスルホン酸塩、ジブ チルフェニルフェノールジスルホン酸塩等を有効に使用 することができる。

【0030】ノニオン性界面活性剤としては、例えば、ポリプロピレングリコールエチレンオキサイド付加物、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンドデシルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンドデシルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、脂肪酸アルキロールアミド、アセチレングリコール、アセチレングリコールのオキシエチレン付加物、脂肪族アルカノールアミド、グリセリンエステル、ソルビタンエステル等が挙げられる。

10

【0031】カチオン性界面活性剤としては、テトラアルキルアンモニウム塩、アルキルアミン塩、ベンザルコニウム塩、アルキルピリジウム塩、イミダゾリウム塩等が挙げられ、例えば、ジヒドロキシエチルステアリルアミン、2一へプタデセニルーヒドロキシエチルイミダゾリン、ラウリルジメチルベンジルアンモニウムクロライド、セチルピリジニウムクロライド、ステアラミドメチルピリジウムクロライド等が挙げられる。

【0032】その他、ポリシロキサンオキシエチレン付加物等のシリコーン系界面活性剤や、パーフルオロアルキルカルボン酸塩、パーフルオロアルキルスルホン酸塩、オキシエチレンパーフルオロアルキルエーテル等のフッ素系界面活性剤、スピクリスポール酸やラムノリピド、リゾレシチン等のバイオサーファクタント等も使用することができる。

【0033】これら界面活性剤の好ましい例としては、ポリプロピレングリコール・エチレンオキサイド付加物、アセチレングリコールのオキシエチレン付加物、ポリオキシエチレンアルキルエーテル等が挙げられる。界面活性剤のインクジェット記録液中の含有量は、10重量%未満であることが好ましく、0.01~5重量%であることがより好ましい。界面活性剤の量が、10重量%を超えると、光学濃度の低下する場合が存在する。

【0034】本発明のインクジェット記録液の作成方法 は、特に限定されず、公知のいずれのインクジェット記 録液の作成方法をも使用することができる。例えば、高 分子分散剤が所定量入った水溶液に所定量の顔料を添加 し、十分撹拌した後、分散機を用いて分散を行い、遠心 分離等で粗大粒子を除いた後、所定の溶媒、添加剤等を 加えて撹拌、混合、濾過を行うことによりインクジェッ ト記録液とする方法等が挙げられる。この際、顔料の濃 厚分散体を作製し、インクジェット記録液調整時に希釈 する方法も使用できる。また、分散工程の前に顔料の粉 砕工程を設けてもよい。あるいは、所定の溶媒、水、高 分子分散剤を混合後、顔料を添加して、分散機を用いて 分散させてもよい。分散機としては、例えば、コロイド ミル、フロージェットミル、スラッシャーミル、ハイス ピードディスパーザー、ボールミル、アトライター、サ ンドミル、サンドグラインダー、ウルトラファインミ

40 ル、アイガーモーターミル、ダイノーミル、パールミル、アジテータミル、コボルミル、3本ロール、2本ロール、エクストリューダー、ニーダー、マイクロフルイダイザー、ラボラトリーホモジナイザー、超音波ホモジナイザー等があり、これらを単独で用いても、組み合せて用いてもよい。また、無機不純物の混入を防ぐために、分散媒体を使用しない分散方法を用いることが好ましく、マイクロフルイダイザーや超音波ホモジナイザー等の使用が適している。本発明の実施例においては、超音波ホモジナイザーにより分散を行った。

【0035】一方、水に自己分散可能な顔料を用いたイ

ンクジェット記録液の作成方法としては、例えば、顔料に対して表面改質処理を行ない、得られた顔料を水に添加し、十分攪拌した後、必要に応じて分散機による分散を行ない、遠心分離等で粗大粒子を除いた後、所定の溶媒、添加剤等を加えて攪拌、混合、濾過を行なうことによりインクジェット記録液を作成する方法等がある。

【0036】本発明のインクジェット記録液には、上記 した成分の他、インク特性制御のために、ポリエチレン イミン、ポリアミン類、ポリビニルピロリドン、ポリエ チレングリコール、エチルセルロース、カルボキシメチ ルセルロース等のセルロース誘導体、多糖類及びその誘 導体、その他水溶性ポリマー、アクリル系ポリマーエマ ルション、ポリウレタン系エマルション等のポリマーエ マルション、シクロデキストリン、大環状アミン類、デ ンドリマー、クラウンエーテル類、尿素及びその誘導 体、アセトアミド等を添加することができる。また、導 電率、pHを調整するために、水酸化カリウム、水酸化 ナトリウム、水酸化リチウム等のアルカリ金属類の化合 物、水酸化アンモニウム、トリエタノールアミン、ジエ タノールアミン、エタノールアミン、2-アミノ-2-メチルー1-プロパノール等の含窒素化合物、水酸化カ ルシウム等のアルカリ土類金属類の化合物、硫酸、塩 酸、硝酸等の酸、硫酸アンモニウム等の強酸と弱アルカ リの塩等を添加することができる。さらに、必要に応 じ、pH緩衝剤、酸化防止剤、防カビ剤、粘度調整剤、 導電剤、紫外線吸収剤、及びキレート化剤、さらに水溶 性染料、分散染料、油溶性染料等も添加することができ る。

【0037】本発明のインクジェット記録液のpHは、特に限定するものではないが、3~11であることが好 30ましく、4.5~9.5であることがより好ましい。インクジェット記録液のpHが3未満となると、またはpHが11を超えると、インクの保存安定性が悪化する場合がある。また、顔料表面にアニオン性遊離基を持つインクジェット記録液においては、pHは6~11であることが好ましく、6~9.5であることがより好ましく、7.5~9.0であることがさらに好ましい。一方、顔料表面にカチオン性遊離基を持つインクにおいて、pHは4.5~8.0であることが好ましく、4.5~7.0であることがより好ましい。

【0038】本発明のインクジェット記録液は、インクジェット記録方法を用いてインクジェット記録を行なうことができる。インクジェット記録方法は、ピエゾインクジェット方式や、熱インクジェット方式等いずれの方式によるものでもよいが、特に熱インクジェット方式に適している。また、本発明のインクジェット記録液は、通常のインクジェット記録装置はもちろん、インクのドライングを制御するためのヒーター等を搭載した記録装置、または、中間体転写機構を搭載し、中間体に記録材料を印字した後、紙等の記録媒体に転写する記録装置等

12

においても用いることもできる。

【0039】(作用)一般的に、顔料インクを記録媒体上に印字した場合、次の現象が起こると考えられる。 1.蒸発及び浸透の作用によりインク中の水分率が減少し、顔料の分散安定性が低下するために、顔料が凝集する。

2.インクの浸透に伴い、顔料が記録媒体中に浸透する。

すなわち、凝集力が浸透力よりも大きい場合には、顔料が記録媒体表面付近で凝集し、記録媒体中に浸透しにくくなる。それに伴い、記録媒体表面近傍に残る顔料量が多くなり、結果として、光学濃度が高く、画像定着性は悪化する。逆に、凝集力が浸透力よりも小さい場合には、顔料が記録媒体中に浸透するため、表面近傍に残る顔料量が減少する。その結果、光学濃度は低下し、画像定着性は向上する。この場合、フェザリングの悪化も生じる。つまり、光学濃度と画像定着性を両立させるためには、凝集力と浸透力のバランスが重要となる。これらの結果から鑑みて、高い光学濃度と良好な画像定着性、さらには長期保存安定性を保つためには、本発明の要件を満たすことが必須であるという結論に至った。

【0040】本発明のインクジェット記録液の普通紙上における動的接触角の時間変化率は、0.5~3.5度/砂であり、1.0~3.0度/砂が好ましく、1.25~2.5度/砂がより好ましい。動的接触角の時間変化率が3.5度/秒を超えると、光学濃度が低下し、フェザリングが悪化する場合が存在する。これは、インクの普通紙への浸透が大きくなるためであると考えられる。一方、動的接触角の時間変化率が0.5度/秒未満となると、画像定着性が悪化する場合が存在する。これは、インクの普通紙への浸透が遅くなることに伴い、顔料が普通紙表面近傍で凝集するためであると考えられる。なお、本発明において普通紙とは、FX-L紙(富士ゼロックス社製)をいうものとする。

【0041】本発明において動的接触角の測定には、上記FX-L紙(富士ゼロックス社製)を用い、インク4. 0μlを普通紙上にセットし、FIBRO 1100 DATMKII(FIBRO system社製)装置を用いて、動的接触角の経時変化を測定した。なお、本発明においては、測定開始から10秒までの動的接触角の変化量を測定時間(10秒)で除した値を動的接触角の時間変化率として用いた。

【0042】動的接触角の時間変化率の制御方法について以下説明する。一般的に、動的接触角の時間変化率は、主として界面活性剤により決定されるものであり、界面活性剤の種類により、一義的に決定される傾向がある。すなわち、浸透性の高い界面活性剤を用いた場合には、界面活性剤の添加量が少量であっても、動的接触角の時間変化率は大きくなる傾向にある。逆に、浸透性の低い界面活性剤を用いた場合、動的接触角の時間変化率

を大きくするためには、界面活性剤の添加量を増やす必要があるが、多量に添加した界面活性剤により、顔料の分散安定性が低下する場合が存在する。よって、動的接触角の時間変化率を制御するためには、浸透性効果が比較的小さい界面活性剤の添加量を適当な範囲に設定する必要があり、さらに、浸透性を有する水溶性有機溶媒などと適当な組み合わせを選択することも有効な手段となる。

【0043】一般的に、動的接触角の時間変化率は、浸透性およびドライング時間と相関があり、動的接触角の時間変化率が大きいインクジェット記録液では、浸透性が大きく、ドライング時間は短くなり、逆に、動的接触角の時間変化率が小さいインクジェット記録液では、浸透性が小さく、ドライング時間は長くなる傾向にある。そのため、一概に議論することはできないが、本発明を満たすインクジェット記録液のドライング時間は、10秒前後となる場合が多い。

【0044】本発明のインクジェット記録液は、その中 に含まれる分散粒子の数平均粒子径が15~100nm で、体積平均粒子径が30~200nmである。両値が これらの範囲内にある場合には、光学濃度が高く、画像 定着性に優れている。分散粒子の数平均粒子径が100 nmを超える場合、または体積平均粒子径が200nm を超える場合は、画像定着性が劣るものとなる。これ は、分散粒子径が大きくなるにつれて、顔料凝集体の粒 径も大きくなるためと考えられる。一方、分散粒子の数 平均粒子径が15nm未満の場合、または体積平均粒子 径が30nm未満の場合には、インク粘度が高くなり、 ノズル詰まりを生じやすい。分散粒子の数平均粒子径 しく、20~70nmであることがより好ましい。ま た、分散粒子の体積平均粒子径は、上記範囲内でも、3 0~170 nmであることが好ましく、30~150 n mであることがより好ましい。

【0045】なお、本発明において、数平均粒子径および体積平均粒子径の測定は、マイクロトラックUPA粒度分析計9340 (Leeds&Northrup社 *

HLB $x = 7 + \Sigma$ (親水基の基数) + Σ (親油基の基数)

[0050]

※ ※【数2】

 $HLB = [\Sigma (Wx \times HLBx)] / \Sigma Wx$ (式2)

【0051】ここで、HLBxは親水部および疎水部のみのHLB、Wxは親水部および疎水部それぞれの重量を示す。

[0052]

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明する。

[顔料分散方法1]顔料に水溶性樹脂およびイオン交換水を加え、超音波ホモジナイザーを用いて分散した。この液を遠心分離装置を用いて、遠心分離処理(8000 rpm×30分)を施し、残渣部分を除去した。この液

14

*製)を用いて行なった。測定は、インクジェット記録液 4 m l を測定セルに入れ、所定の測定法に従って行った。測定時に入力するパラメーターとして、粘度にはインクジェット記録液の粘度を、分散粒子の密度には顔料の密度を入力した。この装置は、分散質のブラウン運動を利用して粒子径を測定するものであり、溶液にレーザー光を照射し、その散乱光を検出することにより粒子径を測定する。

【0046】本発明のインクジェット記録液の粘度は、1.5~6.0mPa・sであることが好ましく、1.5~4.0mPa・sであることがより好ましい。インクジェット記録液の粘度が6.0mPa・sを超えると、十分な画像定着性を得ることができない。これは、普通紙への浸透力が小さくなり、普通紙表面近傍に顔料が残るためであると考えられる。一方、インクジェット記録液の粘度が1.5mPa・s未満となると、十分な光学濃度を得ることができない。これは、普通紙への浸透力が大きくなり、顔料または顔料凝集体が普通紙内部にまで浸透するためであると考えられる。

【0047】本発明のインクジェット記録液における水溶性樹脂のHLBは、8.5~30.0であることが好ましい。水溶性樹脂のHLBが8.5未満となると、画像定着性が悪化する場合が存在する。この原因としては、分散安定性が低下するためと、インクの浸透性が低くなるためと考えられる。一方、水溶性樹脂のHLBが30.0を超えると、光学濃度が低くなる場合が存在する。これは、インクの浸透性が大きくなるためであると考えられる。

【0048】本発明において、水溶性樹脂のHLBは、は、上記範囲内でも、 $15\sim80$ nmであることが好ま 30 Davies法を基にして算出された値を用いた。そのしく、 $20\sim70$ nmであることがより好ましい。また、分散粒子の体積平均粒子径は、上記範囲内でも、 $30\sim170$ nmであることが好ましく、 $30\sim150$ n であることがより好ましい。 【0045】なお、本発明において、数平均粒子径およ して定義した。

【数1】 (親油基の基数) (式1)

[0049]

 $を1 \mu m$ のフィルターを通過させることにより、顔料分散液を得た。

【0053】 [顔料分散方法2] 水に自己分散可能な顔料分散液については、その水分散液に、遠心分離装置を用いて、遠心分離処理(8000rpm×30分)を施し、残渣部分(全量に対して20%)を除去したものを使用し、顔料分散液を得た。

【0054】 [顔料分散方法3] プラズマ処理を行なった顔料を、顔料濃度が20重量%となるようにイオン交換水中に加え、高圧ホモジナイザーを用いて分散させ

た。この分散液を遠心分離装置を用いて、遠心分離処理 (8000rpm×30分)を施し、残渣部分 (全量に 対して20%)を除去し、顔料分散液を得た。

【0055】[顔料分散方法4]顔料に次亜塩素酸ナト リウムで表面酸化処理を施した後、脱塩処理を行なっ た。このようにして得られた表面処理顔料を、イオン交 換水中に加え、pHを7.5に調整した後、超音波ホモ ジナイザーを用いて分散を行なった。この分散液を遠心 【0057】 [実施例1] 上記顔料分散方法1およびイ 分離装置を用いて、遠心分離処理(8000rpm×3 0分)を施し、残渣部分(全量に対して20%)を除去*10 クジェット記録液を得た。

16

* し、顔料分散液を得た。

【0056】 [インクジェット記録液作成方法] 適量の 上記顔料分散液に、水溶性有機溶媒、界面活性剤、イオ ン交換水等を適量加え、総量が100重量部、顔料濃度 が5重量%となるように調整した。これを、混合、攪拌 し、1μmのフィルターを通過させることにより、目的 とするインクジェット記録液を得た。

ンクジェット記録液作成方法に従って、下記組成のイン

カーボンブラック (Black Pearls L:キャボット社製) 5 重量部 スチレンーメタクリル酸ーメタクリル酸ナトリウム共重合体 1.5 重量部 (St:MAA=33:67/重量分子量=約6200/HLB=17.8)

エチレングリコール 15重量部

界面活性剤 (Pluronic PE6400:BASF社製) 0.2重量部

イソプロピルアルコール 3重量部 尿素 5重量部

イオン交換水 残部

計100重量部

得られたインクジェット記録液は、動的接触角の時間変 20※【0058】[実施例2]上記顔料分散方法1およびインク あり、体積平均粒子径が61nmであり、粘度が2.7 エット記録液を得た。 mPa・sであった。 **※**

化率が2.5度/秒であり、数平均粒子径が31nmで ジェット記録液作成方法に従って、下記組成のインクジ

カーボンブラック

5重量部

(Raven 1080/コロンビアン・カーボン社製)

スチレンーアクリル酸ーアクリル酸ナトリウム共重合体

(St:AA=33:67/重量分子量=約6100/HLB=17.4)

プロピレングリコール

10重量部 ジグリセリンエチレンオキサイド付加物

10重量部 界面活性剤(Pluronic PE3100/BASF社製) 0.3 重量部

イソプロピルアルコール 3重量部

尿素 3重量部 イオン交換水 残部

計100重量部

4重量部

1.5重量部

り、体積平均粒子径が113 n m であり、粘度が3.6 クジェット記録液を得た。 mPa・sであった。

このインクジェット記録液は、動的接触角の時間変化率 ★【0059】 [実施例3] 上記顔料分散方法3およびイ が2.6度/秒であり、数平均粒子径が57nmであ ンクジェット記録液作成方法に従って、下記組成のイン

> 表面処理顔料(MA-100:三菱化学社製) 2-エチルヘキシルメタクリレートーメタクリル酸-メタクリル酸ナトリウム共

> 重合体 1.5 重量部

(St:2EHMA=50:50/重量分子量=約4700/HLB=11.

4)

ジエチレングリコール 10重量部

ジグリセリンエチレンオキサイド付加物 5重量部

イソプロピルアルコール 3重量部

尿素 4重量部 イオン交換水 残部

計100重量部

得られたインクジェット記録液は、動的接触角の時間変 50 化率が1.1度/秒であり、数平均粒子径が50 n m で

18

あり、体積平均粒子径が114 n m であり、粘度が2. *ンクジェット記録液作成方法に従って、下記組成のイン 8mPa·sであった。 クジェット記録液を得た。

【0060】 [実施例4] 上記顔料分散方法2およびイ*

表面処理顔料 (Cab-o-jet-300:キャボット社製) 4 重量部 nーブチルメタクリレートーメタクリル酸ーメタクリル酸ナトリウム共重合体

1重量部

(St:nBMA=33:67/重量分子量=約4400/HLB=17.4

プロピレングリコール

15重量部

界面活性剤 (Pluronic PE6400:BASF社製) 0.03重量部 イソプロピルアルコール 3重量部 イオン交換水 残部

計100重量部

あり、体積平均粒子径が90nmであり、粘度が2.5 クジェット記録液を得た。 mPa・sであった。 ×

得られたインクジェット記録液は、動的接触角の時間変 ※【0061】 [実施例5] 上記顔料分散方法3およびイ 化率が2.3度/秒であり、数平均粒子径が43nmで ンクジェット記録液作成方法に従って、下記組成のイン

表面処理顔料 (C. I. Pigment Blue 15:3)

4重量部

スチレンーアクリル酸ーアクリル酸ナトリウム共重合体

1.2 重量部

(St:AA=33:67/重量分子量=約610·0/HLB=17.4) ジグリセリンエチレンオキサイド付加物

5重量部

界面活性剤 (ノニオンE-215:日本油脂社製)

0.03重量部

計100重量部

イオン交換水

残部

得られたインクジェット記録液は、動的接触角の時間変 ★【0062】 [実施例6] 上記顔料分散方法4およびイ あり、体積平均粒子径が125nmであり、粘度が1.

化率が1.6度/秒であり、数平均粒子径が63nmで ンクジェット記録液作成方法に従って、下記組成のイン クジェット記録液を得た。

9mPa·sであった。

 \star

表面処理顔料 (Monarch 880:キャボット社製)

4 重量

ジエチレングリコール

5重量部

グリセリン

5重量部

スルホラン

5重量部

界面活性剤 (ノニオンE-230:日本油脂社製)

0.6 重量部

界面活性剤(サーフィノール465:日信化学社製) イオン交換水

0.2 重量部 残部

計100重量部

得られたインクジェット記録液は、動的接触角の時間変 ☆【0063】[実施例7]上記顔料分散方法2およびイ あり、体積平均粒子径が121nmであり、粘度が2. 40 クジェット記録液を得た。 7mPa・sであった。

化率が2.8度/秒であり、数平均粒子径が58nmで ンクジェット記録液作成方法に従って、下記組成のイン

表面処理顔料(Microjet Black CW-1:オリエント化学社製)

☆

4 重量部

isoブチルメタクリレートーメタクリル酸ーメタクリル酸ナトリウム共重合体

(i BMA: MAA=33:67/重量分子量=約6200/HLB=

17.4)

1重量部

プロピレングリコール

15重量部

イソプロピルアルコール

3 重量部 3 重量部

尿素 イオン交換水

残部

20

計100重量部

得られたインクジェット記録液は、動的接触角の時間変 *【0064】[実施例8]上記顔料分散方法2およびイ あり、体積平均粒子径が88nmであり、粘度が2.9 mPa・sであった。 *

化率が3.3度/秒であり、数平均粒子径が36 n mで ンクジェット記録液作成方法に従って、下記組成のイン クジェット記録液を得た。

表面処理顔料 (Cab-o-jet-300:キャボット社製)

4重量部

スチレンーマレイン酸ーマレイン酸ナトリウム共重合体

(St:MA=50:50/重量分子量=約2000/HLB=28.1)

1 重量部

ジエチレングリコールエチレンオキサイド付加物

5重量部

プロピレングリコール

5重量部

イソプロピルアルコール 尿素

3重量部

3重量部 残部

イオン交換水

計100重量部

あり、体積平均粒子径が115 n m であり、粘度が3. クジェット記録液を得た。

得られたインクジェット記録液は、動的接触角の時間変 ※【0065】 [比較例1] 上記顔料分散方法2およびイ 化率が 0.7度/秒であり、数平均粒子径が 5 1 n mで ンクジェット記録液作成方法に従って、下記組成のイン

1mPa·sであった。

X

表面処理顔料 (Cab-o-jet-300:キャボット社製)

4重量部

ジエチレングリコール

15重量部 3重量部

尿素

0.5重量部

界面活性剤(サーフィノール465:日信化学社製)

界面活性剤 (ノニオンE-230:日本油脂社製)

0.5 重量部

イオン交換水

残部 計100重量部

得られたインクジェット記録液は、動的接触角の時間変 あり、体積平均粒子径が84nmであり、粘度2.2m Pa·sであった。

★【0066】 [比較例2] 上記顔料分散方法1およびイ 化率が 6.4 度/秒であり、数平均粒子径が 4.1 n mで ンクジェット記録液作成方法に従って、下記組成のイン クジェット記録液を得た。

★ 30

カーボンブラック (Raven1080:コロンビアン・カーボン社製)

4 重量部

スチレンーメタクリル酸ーメタクリル酸ナトリウム共重合体

0.4 重量部

(St:MAA=33:67/重量分子量=約6200/HLB=17.8) ジエチレングリコール

トリエチレングリコール

5重量部

5重量部

界面活性剤 (ノニポール95:三洋化成社製)

3重量部 0.03重量

部

尿素

イオン交換水

残部

計100重量部

得られたインクジェット記録液は、動的接触角の時間変 ☆【0067】 [比較例3] 上記顔料分散方法1およびイ あり、体積平均粒子径が100nmであり、粘度が2. クジェット記録液を得た。

化率が0.4度/秒であり、数平均粒子径が52nmで ンクジェット記録液作成方法に従って、下記組成のイン

2mPa·sであった。

カーボンブラック (Raven1060/コロンビアン・カーボン社製)

☆

5 重量部

ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル (HLB=6.5) 0.75重量

部

ジグリセリンエチレンオキサイド付加物

10重量部

(12)

21

ジエチレングリコール

22

5重量部

N, N'-ビス (2-ヒドロキシエチル) -2-アミノスルホン酸

0.5重量

部屋書

尿素

3 重量部

残部

イオン交換水

計100重量部

得られたインクジェット記録液は、動的接触角の時間変化率が 0.8 度/秒であり、数平均粒子径が 109 nmであり、体積平均粒子径が 213 nmであり、粘度が 2.9 mPa・s であった。

【0068】[試験例]印字装置として、400dpi、160ノズルの試作プリントヘッドを用いて、印字を行なった。普通紙には、FX-L紙(富士ゼロックス社製)を用いた。また、特に断らない限り、印字および評価は一般環境下(温度23±0.5℃、湿度55±5%R.H.)において行った。試作インクジェット記録装置を用いて、100%カバレッジパターンおよびラインパターンを印字し、24時間一般環境下に放置した。この100%カバレッジパターンを用いて、定着強度、光学濃度の評価を行い、ラインパターンを用いてフェザリングの評価を行なった。

・定着強度の評価

定着強度の評価は、記録物上に、別の白紙のFX-L紙 を $4.9 \times 10^4 N/m^2$ の荷重で押し付け、白紙のFX-L に 上紙に転写されたインクについて、予め定めておいた 限度見本に照合して、官能評価による評価を行った。

・光学濃度の評価

*光学濃度は、記録物をエックスライト404(エックスライト社製)を用いて測定し、光学濃度が1.3以上のものを○、1.2以上1.3未満のものを△、1.2未満のものを×として評価した。

・フェザリングの評価

フェザリングの評価は、ラインパターンの滲みの程度を 予め定めておいた限度見本に照合し、官能評価を行なっ た。

・長期保存安定性の評価

長期保存安定性の評価に関しては、インクをカートリッジに充填し、インクジェット記録装置に装着し、この状態において、40 \mathbb{C} 、50 R. H. 環境下で3 \mathbb{F} 月間放置した。これを通常使用条件で印字し、全ノズル印字できたものを \mathbb{O} 、さらに、通常使用条件において印字抜けが発生したもののうち、バキュームメンテナンスを繰り返すことによって全ノズル印字できるようになったものを \mathbb{O} 、バキュームメンテナンスだけでは回復しないノズルが発生したものを \mathbb{O} として評価した。これらの結果を表1に示す。

[0069]

* 【表1】

| | 動的接触角 時間変化率 (度/秒) | 数平均粒子 径 (nm) | 体積平均粒 子径 (nm) | 粘度 (mPa-s) | 定着強度 | 光学濃度 | フェザリング | 長期保存安 定性 |
|-------|-------------------------|--------------------|---------------------|---------------|------|------|--------|----------|
| 実施例1 | 2.5 | 31 | 61 | 2.7 | 0 | 0 | Δ | 0 |
| 実施例 2 | | 57 | 113 | 3.6 | 0 | 0 | Δ | 0 |
| 実施例3 | 1.1 | 50 | 114 | 2.8 | Δ | 0 | 0 | 0 |
| 実施例 4 | 2.3 | 43 | 90 | 2.5 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 実施例 5 | 1.6 | 63 | 125 | 1.9 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 実施例 6 | 2.8 | 58 | 121 | 2.7 | 0 | Δ | Δ | 0 |
| 実施例 7 | | 36 | 88 | 2.9 | 0 | Δ | Δ | 0 |
| 実施例 8 | 0.7 | 51 | 115 | 3.1 | Δ | 0 | 0 | 0 |
| 比較例1 | 6.4 | 41 | 84 | 2.2 | 0 | × | × | 0 |
| 比較例 2 | | 52 | 100 | 2.2 | × | 0 | 0 | 0 |
| 比較例3 | 0.8 | 109 | 213 | 2.9 | × | 0 | 0 | × |

【0070】表1に示される結果から明らかなように、 実施例1~8のインクジェット記録液は、比較例1~3 のインクジェット記録液と比較して、定着強度、光学濃 度、フェザリング、長期保存安定性の全ての面において 優れていた。

[0071]

「発明の効果」以上説明したように、本発明によれば、 普通紙上に印字した場合に、光学濃度が高く、画像定着 性が良好であり、さらに、フェザリングや長期保存安定 性にも優れたインクジェット記録液およびそれを用いた インクジェット記録方法が得られる。

(13)

フロントページの続き

(72) 発明者 橋本 健

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内

Fターム(参考) 2C056 EA13 FC01

4J039 AD03 AD09 AD10 AD14 BA04 BC07 BC08 BC09 BC10 BC11

BC13 BC19 BC31 BC35 BC36 BC50 BC54 BC65 BE01 BE12

BE22 CA06 EA15 EA16 EA17

EA18 EA19 EA20 EA42 EA43

EA44 GA24